

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-163288

(43)Date of publication of application : 29.06.1993

(51)Int.CI.

C07F 9/6574

C08K 5/5357

C09K 21/12

(21)Application number : 03-329036

(71)Applicant : MITSUI PETROCHEM IND LTD

(22)Date of filing : 12.12.1991

(72)Inventor : SAKAI HIDENORI

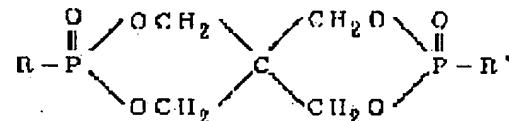
TAGAWA YASUO

(54) PHOSPHONATE COMPOUND, RESIN-COMPOUNDING AGENT AND FLAME-RETARDANT THERMOPLASTIC RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the subject new compound capable of giving a flame-retardant thermoplastic resin composition having high flame-retardance, low volatility at a high temperature and high heat-resistance and bleeding resistance and useful as a resin-compounding agent to impart flame-retardance to a thermoplastic resin.

CONSTITUTION: The phosphonate compound of formula (R and R' are aliphatic hydrocarbon group, alicyclic hydrocarbon group or aromatic hydrocarbon group), e.g. pentaerythritol diphenylphosphonate. The compound is produced by reacting 1mol of pentaerythritol with 2-3mol of a phosphonic acid halide such as methylphosphonic acid dichloride and phenylphosphonic acid dichloride in the presence of a dehalogenation catalyst (e.g. pyridine) in a solvent (e.g. dioxane) at 50-250°C.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of

[rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-163288

(43)公開日 平成5年(1993)6月29日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 07 F 9/6574	Z	7106-4H		
C 08 K 5/5357	KCC	7167-4J		
C 09 K 21/12		8318-4H		

審査請求 未請求 請求項の数10(全 11 頁)

(21)出願番号 特願平3-329036

(22)出願日 平成3年(1991)12月12日

(71)出願人 000005887

三井石油化学工業株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72)発明者 酒井英紀

山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号

三井石油化学工業株式会社内

(72)発明者 多川康男

山口県玖珂郡和木町和木六丁目1番2号

三井石油化学工業株式会社内

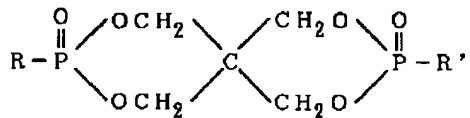
(74)代理人 弁理士 鈴木俊一郎

(54)【発明の名称】 ホスホネート化合物、樹脂配合剤及び難燃性熱可塑性樹脂組成物

(57)【要約】

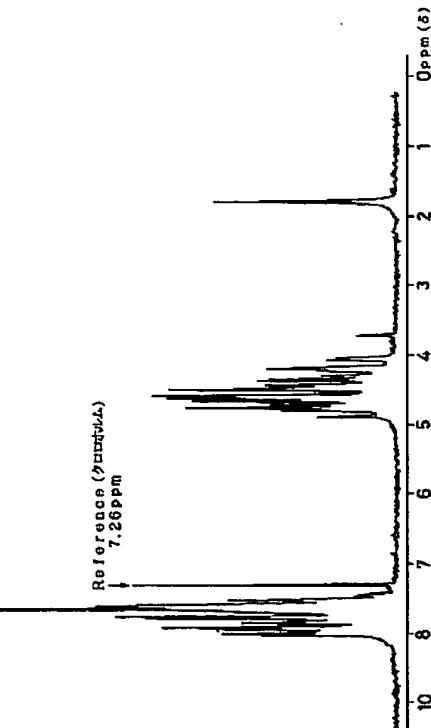
【構成】 本発明は、次式で表される新規なホスホネート化合物を提供する。

【化1】



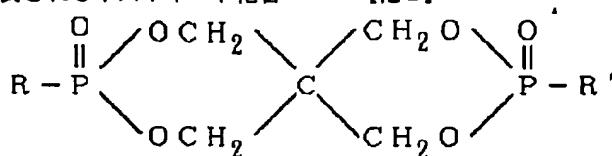
式中、R及びR'は、脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基または芳香族炭化水素基を表す。また、本発明は上記のホスホネート化合物からなる樹脂配合剤および熱可塑性樹脂とホスホネート化合物とからなる難燃性熱可塑性樹脂組成物をも提供する。

【効果】 本発明のホスホネート化合物を配合した組成物は良好な難燃性を有する。



【特許請求の範囲】

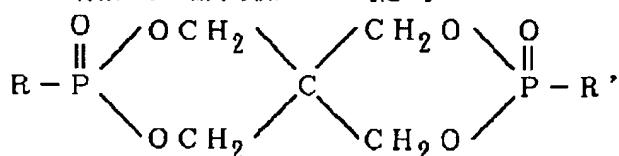
【請求項1】 次式 [I] で表されるホスホネート化合物*



… [I]

〔式 [I] 中、RおよびR'は、それぞれ独立に、脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基および芳香族炭化水素基よりなる群から選ばれる基を示し、これらの基はハロゲン原子または他の置換基を有していてもよい〕。

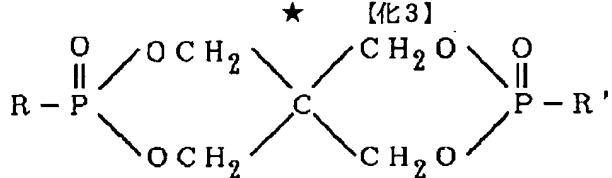
【請求項2】 前記式 [I] において、RおよびR'が、芳香族炭化水素基であることを特徴とする請求項第※



… [I]

〔式 [I] 中、RおよびR'は、それぞれ独立に、脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基および芳香族炭化水素基よりなる群から選ばれる基を示し、これらの基はハロゲン原子または他の置換基を有していてもよい〕。

【請求項5】 上記式 [I] において、RおよびR'が、芳香族炭化水素基であることを特徴とする請求項第4項記載の樹脂配合剤。



… [I]

〔式 [I] 中、RおよびR'は、それぞれ独立に、脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基および芳香族炭化水素基よりなる群から選ばれる基を示し、これらの基はハロゲン原子または他の置換基を有していてもよい〕。

【請求項8】 上記式 [I] において、RおよびR'が、芳香族炭化水素基であることを特徴とする請求項第7項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【請求項9】 上記式 [I] において、RおよびR'が、フェニル基であることを特徴とする請求項第8項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

【請求項10】 熱可塑性樹脂が、ポリカーボネート系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、環状オレフィン系樹脂およびポリスチレン系樹脂よりなる群から選ばれる少なくとも一種類の樹脂であることを特徴とする請求項第7項乃至第9項のいずれかの項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

2

*物；

【化1】

※1項記載のホスホネート化合物。

10 【請求項3】 前記式 [I] において、RおよびR'が、フェニル基であることを特徴とする請求項第2項記載のホスホネート化合物。

【請求項4】 次式 [I] で表されるホスホネート化合物からなることを特徴とする樹脂配合剤；

【化2】

20★【請求項6】 上記式 [I] において、RおよびR'が、フェニル基であることを特徴とする請求項第5項記載の樹脂配合剤。

【請求項7】 熱可塑性樹脂と、該熱可塑性樹脂100重量部に対して1～30重量部の次式 [I] で表されるホスホネート化合物とからなる難燃性熱可塑性樹脂組成物；

【化3】

40

【発明の詳細な説明】
【0001】

【発明の技術分野】本発明は新規なホスホネート化合物、この化合物からなる樹脂配合剤およびこの樹脂配合剤を含有する難燃性熱可塑性樹脂組成物に関する。さらに詳しくは本発明は、スピロ環を有する新規なホスホネート化合物、この化合物からなる樹脂配合剤、および、熱可塑性樹脂とこの樹脂配合剤とからなる難燃性熱可塑性樹脂組成物に関する。

【0002】

【発明の技術的背景】従来から熱可塑性樹脂の難燃剤として有機磷化合物が使用されている。この有機磷化合物としては、例えばトリフェニルホスフェート、トリキシリニルホスフェートおよびポリ磷酸エステルなどのホスフェート化合物がある。

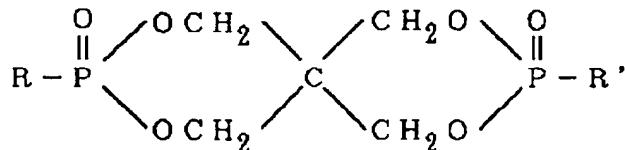
【0003】しかしながら、これらのホスフェート化合物を熱可塑性樹脂に配合すると樹脂の耐熱性および物性の低下することがある。さらに、このホスフェート化合

50

物は樹脂を高温に加熱するとその少なくとも一部が揮発あるいはブリード等によって樹脂中から失われるという問題点を有していた。このように熱可塑性樹脂の難燃化法に関しては、満足すべき有機磷化合物がないのが現状であり、配合による樹脂物性が低下せず、さらに配合の際の揮発およびブリード等によって失われることのないような新たな焼系配合剤の開発が切望されている。

【0004】

【発明の目的】本発明は新規なホスホネート化合物を提供する。また、本発明は熱可塑性樹脂に難燃性を賦与す*10

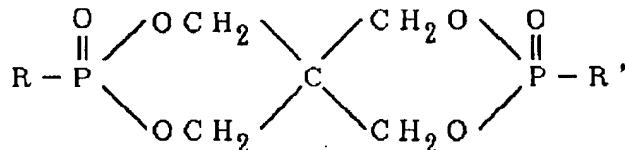


【0007】… [I]

ただし、上記式 [I]において、RおよびR'は、それぞれ独立に、脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基および芳香族炭化水素基よりなる群から選ばれる基を示し、これらの基はハロゲン原子または他の置換基を有してもよい。

【0008】また、本発明の樹脂配合剤は、上記式 [I]で表されるホスホネート化合物からなることを特徴としている。さらに、本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂と、該熱可塑性樹脂100重量部に対して1～30重量部の上記式 [I]で表されるホスホネート化合物からなることを特徴としている。

【0009】本発明により新規なホスホネート化合物が提供される。このホスホネート化合物を熱可塑性樹脂に※



【0013】… [I]

ただし、上記式 [I]において、RおよびR'は、それぞれ独立に、脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基および芳香族炭化水素基よりなる群から選ばれる基を示す。さらに、これらの基はハロゲン原子または他の置換基を有してもよい。

【0014】ここで脂肪族炭化水素基の例としては、炭素原子数1～20、好ましくは1～8のアルキル基を挙げることができる。このアルキル基の具体的な例として、メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基、n-ブチル基、tert-ブチル基、n-アミル基、n-ヘキシル基およびn-オクチル基を挙げることができる。

【0015】また、脂環族炭化水素基としては、炭素原子数3～12、好ましくは3～6の脂環構造を有する基を挙げることができる。この基の具体的な例としては、シクロプロピル基およびシクロヘキシル基を挙げること

*る新規な配合剤を提供することを目的としている。さらに本発明は、熱可塑性樹脂と上記ホスホネート化合物とからなる難燃性熱可塑性樹脂組成物を提供することも目的としている。

【0005】

【発明の概要】本発明のホスホネート化合物は、次式 [I]で表される。

【0006】

【化4】

※配合することにより、熱可塑性樹脂の難燃化を達成することができる。このホスホネート化合物が配合された熱可塑性樹脂組成物は、難燃化剤の配合により耐熱性および耐衝撃性等の特性が低下することなく、しかも混練の際に難燃化剤であるホスホネート化合物が蒸散あるいはブリード等により樹脂中から失われることがない。

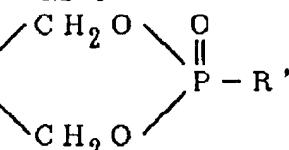
【0010】

【発明の具体的説明】次に本発明について具体的に説明する。まず、本発明のホスホネート化合物について説明する。

【0011】本発明のホスホネート化合物は、次式 [I]で表すことができる。

【0012】

【化5】



ができる。

【0016】さらに、芳香族炭化水素基の例としては、炭素原子数6～18の芳香族炭化水素基を挙げることができる。この基の具体的な例としては、フェニル基、ナフチル基およびアントラセニル基を挙げることができる。

40

【0017】上記のこれらの基はハロゲン原子または他の置換基を有していてもよい。ここでハロゲン原子の例としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子およびヨウ素原子を挙げることができ、これらの中でも臭素原子が好ましい。また、他の置換基の例としては、水酸基、アルキル基およびアルコキシ基を挙げることができる。

50

【0018】上記式 [I]で表されるホスホネート化合物の具体的な例としては、ベンタエリスリトールジメチルホスホネート、ベンタエリスリトールジエチルホスホネート、ベンタエリスリトールジシクロヘキシルホスホ

ネート、ペンタエリスリトールジフェニルホスホネート、ペンタエリスリトールジ(メチルフェニル)ホスホネート、ペンタエリスリトールジ(ジメチルフェニル)ホスホネートおよびペンタエリスリトールジ(*tert*-ブチルフェニル)ホスホネートを挙げることができる。これらの中でも式[I]におけるRおよびR'が芳香族炭化水素基である化合物、好ましくはフェニル基である化合物は、高い収率で製造することができると共に、難燃化剤としての有用性が高い。

【0019】本発明のホスホネート化合物は、RおよびR'に対応する基を有するホスホン酸のハロゲン化物とペンタエリスリトールとを反応させることにより合成することができる。

【0020】ここでRおよびR'に対応する基を有するホスホン酸のハロゲン化物としては通常は塩化物が使用される。具体的にはこの塩化物の例としては、メチルホスホン酸ジクロリド、エチルホスホン酸ジクロリド、シクロヘキシルホスホン酸ジクロリド、フェニルホスホン酸ジクロリド、メチルフェニルホスホン酸ジクロリド、ジメチルフェニルホスホン酸ジクロリド、*tert*-ブチルフェニルホスホン酸ジクロリドジクロリドおよびナフチルホスホン酸ジクロリド等を挙げることができる。

【0021】これらホスホン酸のハロゲン化物は、ペンタエリスリトール1モルに対して通常は2モル以上、好ましくは2~3モルの範囲内の量で使用される。このホスホン酸のハロゲン化物とペンタエリスリトールとの反応は、脱ハロゲン化水素反応であり、従ってこの反応は、脱ハロゲン化水素触媒の存在下に行われる。ここで使用される脱ハロゲン化水素触媒の例としては、ビリジンおよびナトリウムメトキシドなどの塩基性物質を挙げることができる。

【0022】このホスホン酸のハロゲン化物とペンタエリスリトールとの反応は、通常は反応溶媒中で行われる。ここで反応溶媒としては、ジオキサンのような有機極性溶媒を使用することができる。

【0023】上記反応は通常は加熱下に進行する。加熱温度は通常は50~250°Cである。上記のようにして得られたホスホネート化合物にはスピロ環が形成される。本発明の樹脂配合剤は、上記式[I]で表されるホスホネート化合物からなり、このホスホネート化合物を配合することにより樹脂が難燃性になる。

【0024】この樹脂配合剤は、燐含有率が10重量%以上であるホスホネート化合物であることが好ましく、燐含有率が12~25重量%の範囲内にあるホスホネート化合物が特に好ましい。燐含有率が10重量%に満たないホスホネート化合物は、熱可塑性樹脂を難燃性にするためには多量に添加する必要があり、経済的でない。

【0025】本発明の樹脂配合剤としては、上記式[I]で表されるホスホネート化合物を単独で或いは組み合わせて使用することができるが、これらのスピロ環

を有するホスホネート化合物のうち、ペンタエリスリトールジフェニルホスホネート単独、または、ペンタエリスリトールジフェニルホスホネートを主成分とするものであることが好ましい。

【0026】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は、上記の樹脂配合剤(即ち式[I]で表されるホスホネート化合物)と熱可塑性樹脂とからなる。本発明において使用される熱可塑性樹脂は溶融成形可能な樹脂であり、このような熱可塑性樹脂の具体的な例としては、ポリカーボネート系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、環状オレフィン系樹脂およびポリスチレン系樹脂等を挙げることができる。これらの樹脂は単独または組合せて用いられる。また、これらの熱可塑性樹脂は上記の樹脂あるいは上記の樹脂以外の樹脂とアロイを形成していても良い。このようにアロイを形成することにより、一般には、耐衝撃性、耐熱性、耐薬品性等の物性が改良される。

【0027】本発明の組成物は、熱可塑性樹脂100重量部に対して上記ホスホネート化合物を1~30重量部、好ましくは2~20重量部の量で含有している。上記のような量でホスホネート化合物を含有することにより、組成物が良好な難燃性を有するようになると共に、ホスホネート化合物を含有することによる樹脂の物性低下を有効に防止することができる。

【0028】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は、一般に可塑剤、安定剤、着色剤あるいは充填剤をブレンドする際に採用されている種々の方法を適用することができる。このブレンドには、例えば、押出機、プラストミル等の一般的な混合機を使用することができる。

【0029】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は、上記のように熱可塑性樹脂と特定のホスホネート化合物とからなるが、本発明の効果を奏する範囲内において、他の添加剤、例えば、ガラス繊維などの補強剤、充填剤、增量剤、安定剤、可塑剤、潤滑剤、帶電防止剤、発泡剤などを併用することができる。また、必要に応じて、他のポリマーのブレンドも妨げるものではない。

【0030】本発明の難燃性熱可塑性樹脂組成物は、家庭用品から工業用品に至る広い用途、例えば、電気部品、電子部品、自動車部品、機械機構部品、合成繊維などに使用される。

【0031】

【発明の効果】本発明により新規なホスホネート化合物が提供される。このホスホネート化合物は、難燃性の熱可塑性樹脂組成物を得るために樹脂配合剤として使用することができる。

【0032】そして、このホスホネート化合物が配合された本発明の難燃性熱可塑性樹脂は、熱可塑性樹脂と、スピロ環を有する特定のホスホネート化合物とからなっているので、高度の難燃性と、高温下における低揮発

性、耐熱性、耐ブリード性等の性質を兼ね備えている。

【0033】

【実施例】以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0034】

【実施例1】

ペンタエリスリトールジフェニルホスホネートの合成

攪拌機、還流コンデンサーおよび温度計を備えた四つ口フラスコに、フェニルホスホン酸ジクロリド39g(0.2モル)、ペンタエリスリトール13.6g(0.1モル)、1,4-ジオキサン500mlおよび脱塩酸触媒としてビリジン31.6gを入れ、60~80℃の反応温度で3時間反応させ、次いで145~150℃の温度で1時間反応させた。

【0035】反応混合物を冷却し1リットルのメタノール中にこの反応混合物を少量ずつ攪拌しながら加えることにより白色結晶が得られた。この結晶を濾別し、メタノールで洗浄して精製した後乾燥して30.2gの白色結晶を得た。この白色結晶について、DSCにより測定した融点は267℃であった。

【0036】この白色結晶について、¹H-NMRスペクトルを測定した。この¹H-NMRスペクトルのチャートを図1に示す。上記の分析の結果からこの白色結晶がペンタエリスリトールジフェニルホスホネートであると同定した。収率:80%

また、元素分析の結果から、得られたペンタエリスリトールジフェニルホスホネート中における燐含有率は16.9重量%であった。

【0037】樹脂組成物の調製

熱可塑性樹脂として、ビスフェノールA系ポリカーボネート(20℃のジクロロメタン溶媒で測定した固有粘度が0.50d1/g)(A)、スピロ環を有するホスホネート化合物として、上記のようにして合成したペンタエリスリトールジフェニルホスホネート(融点267℃、燐含有分析値16.9%)(B)を用いた。

【0038】(A)100重量部と(B)5重量部とを

混合し、スクリュー径40mmの押出機を用いて280℃で混練してペレット化した。このペレットより、型締力50トンの射出成形機により、射出温度300℃で、燃焼試験用試験片及び各種物性試験用試験片を作成した。作成した試験片の透明性は良好であり、発泡、着色等も見られなかった。

【0039】これらの試験片を用いて各種物性測定を行った結果を表1に示す。なお、各種の物性測定は次の条件で行った。

10 燃焼性 : UL-94規格、試料厚さ1/32インチ

酸素指数: JIS K7201により測定した。

【0040】衝撃強度 : JIS K710
0、ノッチ付アイソッド衝撃強度を測定した。

曲げ強度、曲げ弾性率: JIS K7203により測定した。

【0041】熱変形温度 : JIS K720
2により、荷重18.6kg/cm²の条件で測定した。

【0042】

20 【実施例2】実施例1において、燐化合物(B)の配合量を10重量部とした他は、実施例1と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例1と同じ条件で試験を行った。結果を第1表に示す。

【0043】

【比較例1】実施例1において、燐化合物(B)を添加しない他は、実施例1と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例3と同じ条件で試験を行った。結果を第1表に示す。

【0044】

【比較例2】実施例1において、燐化合物(B)の代わりに、トリキシレニルホスフェートを10重量部添加した他は、実施例1と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例3と同じ条件で試験を行った。結果を第1表に示す。

【0045】

【表1】

表 1

ポリカーボネートの難燃化

例	燃焼性		曲げ強度 kg/cm ²	衝撲強度 kg·cm/cm	熱変形 温度 °C
	ランク	酸素指数			
実施例 1	V - 2	38.0	1080	15	130
実施例 2	V - 0	40.5	1100	8	125
比較例 1	V - 2	26.5	1050	84	135
比較例 2	V - 2	30.5	1340	4	80

【0046】

【実施例3】熱可塑性樹脂としてナイロン-66(30°Cの濃硫酸溶媒で測定した固有粘度が1.32dl/g、融点266°C) (C) 100重量部を使用し、燐化合物として上記実施例1で合成した燐化合物(B) 5重量部を使用し、両者を混合した後、スクリュー径4.0mmの押出機を用いて280°Cで混練してペレット化した。

【0047】このペレットより、型締力50トンの射出成形機を用いて、射出温度280°Cで、燃焼試験用試験片及び各種物性試験用試験片を作成した。作成した試験片に発泡、着色等は見られなかった。

【0048】これらの試験片を用いて各種物性測定を行った結果を第2表に示す。

【0049】

【実施例4】実施例3において、燐化合物(B)の配合量を10重量部とした他は、実施例3と同様にして試験

片を作成し、この試験片について実施例3と同じ条件で試験を行った。結果を第2表に示す。

【0050】

【比較例3】実施例3において、燐化合物(B)を添加しない他は、実施例3と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例3と同じ条件で試験を行った。結果を第2表に示す。

【0051】

【比較例4】実施例3において、燐化合物(B)の代わりに、トリキシレニルホスフェートを10重量部添加した他は、実施例3と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例3と同じ条件で試験を行った。結果を第2表に示す。

【0052】

【表2】

第2表

NY-66の難燃化

例	燃焼性		曲げ強度 kg/cm ²	衝撲強度 kg·cm/cm	熱変形 温度 °C	ブリード
	ランク	酸素指数				
実施例3	V-2	34.5	1240	6	76	なし
実施例4	V-0	38.5	1250	5	76	なし
比較例3	V-2	27.5	1220	6	76	なし
比較例4	V-2	30.5	950	6	58	あり

【0053】

【実施例5】固有粘度0.51dl/g(25℃クロロホルム中で測定)のポリ(2,6-ジメチル-1,4-フェニレン)エーテル46重量部と、高衝撲ポリスチレン(旭ダウ(株)製、475D)54重量部、及び、燐化合物(B)3重量部を、スクリュー径4.5mmの2軸押出機を用いて、250℃で溶融混合しペレット化した。

【0054】このペレットより、型締力50トンの射出成形機を用いて、射出温度260℃で、燃焼試験用試験片及び各種物性試験用の試験片を作成した。これらの試験片を用いて各種物性測定を行った結果を第3表に示す。

【0055】

【実施例6】実施例5において、燐化合物(B)の配合量を5重量部とした他は、実施例5と同様にして試験片

を作成し、この試験片について実施例5と同じ条件で試験を行った。結果を第3表に示す。

【0056】

【比較例5】実施例5において、燐化合物(B)を添加しない他は、実施例5と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例5と同じ条件で試験を行った。結果を第3表に示す。

【0057】

【比較例6】実施例5において、燐化合物(B)の代わりに、トリキシレニルホスフェートを5重量部添加した他は、実施例5と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例5と同じ条件で試験を行った。結果を第3表に示す。

【0058】

【表3】

第3表

PPOの難燃化

例	燃焼性		曲げ強度 kg/cm ²	衝撲強度 kg·cm/cm	熱変形 温度 °C	ブリード
	ランク	酸素指数				
実施例 5	V - 1	29.0	870	12	125	なし
実施例 6	V - 0	32.5	860	11	124	なし
比較例 5	H B	26.0	880	12	125	なし
比較例 6	V - 1	28.0	650	15	86	あり

【0059】

【実施例7】エチレン・テトラシクロドデセン共重合体(エチレン含量60モル%、荷重2.16kg、260°Cで測定したメルトフローインデックス35g/10分)100重量部に、燐化合物(B)を5重量部混合し、スクリュー径4.5mmの押出機により、260°Cで溶融混合しペレット化した。

【0060】このペレットを用いて実施例1と同様の方法により燃焼試験及び各種物性試験用の試験片を作成した。これらの試験片を用いて各種物性測定を行った結果 30

【0061】

【実施例8】実施例7において、燐化合物(B)の配合量を10重量部とした他は、実施例7と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例7と同じ条件で

試験を行った。結果を第4表に示す。

【0062】

【比較例7】実施例7において、燐化合物(B)を添加しない他は、実施例7と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例7と同じ条件で試験を行った。結果を第4表に示す。

【0063】

【比較例8】実施例7において、燐化合物(B)の代わりに、トリキシレニルホスフェートを10重量部添加した他は、実施例7と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例7と同じ条件で試験を行った。結果を第4表に示す。

【0064】

【表4】

第4表

エチレン・テトラシクロドデセン共重合体の難燃化

例	燃焼性		曲げ強度 (kg/cm ²)	熱変形 温度 (°C)	ブリード
	ランク	酸素指数			
実施例7	V-1	28.5	1050	134	なし
実施例8	V-0	31.5	1150	134	なし
比較例7	H B	21.5	1100	135	なし
比較例8	V-2	26.0	800	120	あり

【0065】

【実施例9】熱可塑性樹脂としてポリエチレンテレフタレート(25℃のo-クロロフェノール溶媒で測定した固有粘度が0.80dl/g)100重量部を使用し、燐化合物として(B)5重量部とを使用して、両者を混合し、スクリュー径40mmの押出機を用いて280℃で混練してペレット化した。

【0066】このペレットより、型締力50トンの射出成形機を用いて、射出温度280℃で、燃焼試験及び各種物性試験用の試験片を作成した。作成した試験片に発泡、着色等は見られなかった。
30

【0067】これらの試験片を用いて各種物性測定を行った結果を第5表に示す。

【0068】

【実施例10】実施例9において、燐化合物(B)の配合量を10重量部とした他は、実施例9と同様にして試

験片を作成し、この試験片について実施例9と同じ条件で試験を行った。結果を第5表に示す。

【0069】

【比較例9】実施例9において、燐化合物(B)を添加しない他は、実施例9と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例9と同じ条件で試験を行った。結果を第5表に示す。

【0070】

【比較例10】実施例9において、燐化合物(B)の代わりに、トリキシリニルホスフェートを10重量部添加した他は、実施例9と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例9と同じ条件で試験を行った。結果を第5表に示す。

【0071】

【表5】

第5表

PETの難燃化

例	燃焼性		ブリード
	ランク	酸素指数	
実施例9	V-2	28.0	なし
実施例10	V-0	31.5	なし
比較例9	H B	23.5	なし
比較例10	V-2	26.5	あり

【0072】

【実施例11】熱可塑性樹脂としてポリプロピレン(230℃のメルトフローレートが4.5 g/10分)10重量部を使用し、燃焼化合物として(B)10重量部を使用し、両者を混合した後、スクリュー径40mmの押出機を用いて230℃で混練してペレット化した。

【0073】このペレットより、型締力50トンの射出成形機を用いて、射出温度230℃で、燃焼試験及び各種物性試験用の試験片を作成した。作成した試験片に発泡、着色等は見られなかった。

【0074】これらの試験片を用いて各種物性測定を行った結果を第6表に示す。

【0075】

【実施例12】実施例11において、燃焼化合物(B)の配合量を10重量部とした他は、実施例11と同様にし

て試験片を作成し、この試験片について実施例11と同じ条件で試験を行った。結果を第6表に示す。

【0076】

【比較例11】実施例11において、燃焼化合物(B)を添加しない他は、実施例11と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例11と同じ条件で試験を行った。結果を第6表に示す。

【0077】

【比較例12】実施例11において、燃焼化合物(B)の代わりに、トリキシレニルホスフェートを10重量部添加した他は、実施例11と同様にして試験片を作成し、この試験片について実施例11と同じ条件で試験を行った。結果を第6表に示す。

【0078】

【表6】

第6表

PPの難燃化

例	燃焼性		ブリード
	ランク	酸素指数	
実施例9	V-2	25.0	なし
実施例10	V-0	28.5	なし
比較例9	H B	18.5	なし
比較例10	V-2	22.5	あり

【図面の簡単な説明】

—トの¹H-NMRスペクトルのチャートである。

【図1】は、ペンタエリスリトールジフェニルホスホネ

【図1】

